

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-271161  
 (43)Date of publication of application : 02.10.2001

(51)Int.Cl. C23C 14/34  
 B22D 27/04  
 C22C 1/02  
 C22F 1/14  
 C22F 1/16  
 // C22F 1/00  
 C22F 1/18

(21)Application number : 2000-400783 (71)Applicant : MITSUI MINING & SMELTING CO LTD

(22)Date of filing : 28.12.2000 (72)Inventor : SERA YOSHIHIRO  
 IMAMURA MASATO  
 SHIHARA SHUJI  
 SAKAI HIROYUKI

(30)Priority

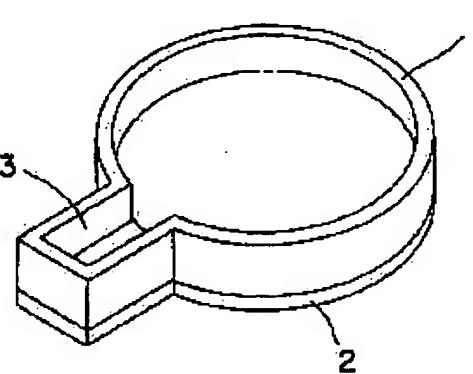
Priority number : 2000012221 Priority date : 20.01.2000 Priority country : JP

## (54) METHOD FOR MANUFACTURING SPUTTERING TARGET

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for manufacturing a sputtering target free from the cavities caused in a solidification step at casting, having relatively small grain size and a homogeneous fine structure.

**SOLUTION:** The method for manufacturing the sputtering target embraces a step where, in the forming of an ingot by melting and casting a sputtering target material, a pan-shaped mold is filled with a molten metal as a raw material and unidirectional solidification is performed to localize the cavities formed in a cast metal phase in the upper surface layer.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-271161

(P2001-271161A)

(43)公開日 平成13年10月2日(2001.10.2)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	マークコード (参考)
C23C 14/34		C23C 14/34	A
B22D 27/04		B22D 27/04	F
C22C 1/02	501	C22C 1/02	501 A
C22F 1/14		C22F 1/14	
1/16		1/16	C

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全5頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願2000-400783(P2000-400783)
(22)出願日	平成12年12月28日(2000.12.28)
(31)優先権主張番号	特願2000-12221(P2000-12221)
(32)優先日	平成12年1月20日(2000.1.20)
(33)優先権主張国	日本(JP)

(71)出願人	000006183 三井金属鉱業株式会社 東京都品川区大崎1丁目11番1号
(72)発明者	世良佳弘 東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金属鉱業株式会社電材事業本部薄膜材料事業部内
(72)発明者	今村正人 東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金属鉱業株式会社電材事業本部薄膜材料事業部内
(74)代理人	100064285 弁理士 佐藤一雄 (外2名)

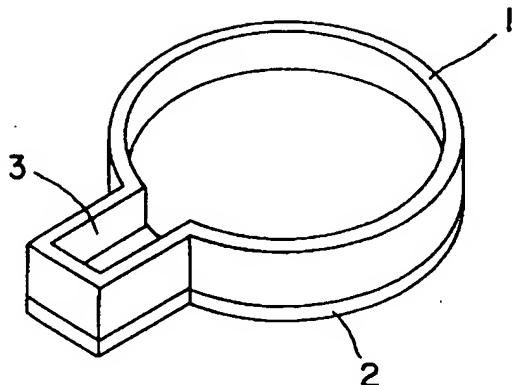
最終頁に続く

(54)【発明の名称】スパッタリングターゲットの製造方法

(57)【要約】

【課題】 鋳造時の凝固工程に起因する巣の発生がなく結晶粒径が比較的小さく均質な微細構造を有するスパッタリングターゲットを製造する方法を提供することとする。

【解決手段】 本発明によるスパッタリングターゲットの製造方法は、スパッタリングターゲット原料を溶解、鋳造することによって鋳造インゴットを形成するに際し、皿形鋳型に原料溶湯金属を充填し、一向向凝固を行うことによって鋳造金属相中に生成する巣を上部表面層に局在化させる工程を含むことを特徴とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】スパッタリングターゲット原料を溶解、鋳造することによって鋳造インゴットを形成するに際し、皿形鋳型に原料溶湯金属を充填し、一方向凝固を行うことによって鋳造金属相中に生成する巣を上部表面層に局在化させる工程を含むことを特徴とする、スパッタリングターゲットの製造方法

【請求項2】前記皿形鋳型の構成材料の内、少なくとも鋳造底部が炭素質材料からなる、請求項1に記載の方  
法。

【請求項3】前記皿形鋳型の構成材料の内、少なくとも鋳造底部が銅系材料からなる、請求項1に記載の方  
法。

【請求項4】前記皿形鋳型が、前記原料溶湯金属を受け入れて鋳型本体に注入するための受け入れ部を有する、請求項1に記載の方  
法。

【請求項5】前記受け入れ部が、MgOからなる、請求  
項4に記載の方  
法。

【請求項6】得られた鋳造インゴットに対してアニーリング処理を行ったのち、これを所定形状に機械加工する、請求項1に記載の方  
法。

【請求項7】前記鋳造を、1350～1500℃、好ましくは1400～1450℃の条件において行う、請求  
項1に記載の方  
法。

【請求項8】前記アニーリング処理を、900～1200℃、2～15時間、好ましくは、1000～1100℃、8～12時間の条件において行う、請求項1に記載の方  
法。

【請求項9】スパッタリングターゲットが、圧延加工が困難な材料系からなる、請求項1に記載の方  
法。

【請求項10】スパッタリングターゲットが、PtMn系である、請求項8に記載の方  
法。

【請求項11】スパッタリングターゲットが、CoZrNb系、FeTa系、またはCoCrPtTaZr系である、請求項9に記載の方  
法。

【請求項12】鋳造金属相において局在化した巣を含む前記上部表面層を切削除去する工程を含む、請求項1に記載の方  
法

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、スパッタリングによる薄膜形成に使用されるスパッタリングターゲットに関し、特に鋳造時の凝固工程に起因する巣の発生がなく結晶粒径が比較的小さく均質な材質のスパッタリングターゲットを製造する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、光磁気記録媒体やGMR (Giant Magnetoresistance) ヘッド等の磁気ヘッド材料用としてPtMn系合金からなるスパッタリングターゲットが使用されている。

## 【0003】さらに、MR (Magnetoresistance) ヘッ

ド、MIG (Metal-In-Gap) ヘッド用のスパッタリングターゲット材として、CoZrNb系、FeTa系、またはCoCrPtTaZr系合金材が使用されている。

【0004】上記のような合金系スパッタリングターゲットは、スパッタリングターゲットを構成する構成金属原料を真空中において溶解、鋳造し、鋳造後、得られた鋳造インゴットを、必要に応じて圧延したのち、機械加工（たとえば、切削加工等）を行うことによって得られる。

【0005】上記の鋳造工程における鋳型としては、アルミナやマグネシア製の容器が用いられ、溶湯を鋳型に注入してこれを冷却することによってインゴットが形成されている。しかしながら、上記のような従来の鋳型による鋳造においては、鋳型内部で等方性の凝固が生じ、このため鋳造される金属相の内部にいわゆる巣が分散して形成されるという問題がある。特に、深さの深い鋳型に鋳込んだ場合、インゴットの厚さ方向の中心付近に無数の巣が残留することが判明している。このような巣の発生は、スパッタリングターゲットの材質を低下させる。特に、PtMn系合金のように比較的脆性の高い材料においては、鋳造後の圧延が困難であるため、鋳造直後の合金材料の品質の良否が重要となる。

【0006】したがって、本発明は、鋳造時の凝固工程に起因する巣の発生がなく結晶粒径が比較的小さく均質な微細構造を有するスパッタリングターゲットを製造する方法を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するために、本発明によるスパッタリングターゲットの製造方法は、スパッタリングターゲット原料を溶解、鋳造することによって鋳造インゴットを形成するに際し、皿形鋳型に原料溶湯金属を充填し、一方向凝固を行うことによって鋳造金属相中に生成する巣を上部表面層に局在化させる工程を含むことを特徴とする。

【0008】本発明の好ましい態様においては、皿形鋳型の構成材料の内、少なくとも鋳造底部が炭素質材料または銅系材料からなることが好ましく、さらに好ましくは、この皿形鋳型は、前記原料溶湯金属を受け入れて鋳型本体に注入するための受け入れ部を有する。

【0009】さらに、本発明の好ましい態様においては、上記製造方法は、得られた鋳造インゴットに対してアニーリング処理を行ったのち、これを所定形状に機械加工する工程を含む。

【0010】また、上記鋳造は、通常、1350～1500℃、好ましくは1400～1450℃の条件において行うことができる。

【0011】さらに、上記のアニーリング処理は、好ましくは、900～1200℃、2～48時間、さらに好ましくは、1000～1100℃、8～48時間の条件において行うことができる。

【0012】上記の本発明の方法においては、鋳造金属相において局在化した巣を含む上部表面層のみを切削除去することによって、高品質のスパッタリングターゲットを得ることが可能である。

【0013】本発明のスパッタリングターゲットは、たとえば、PtMn系、CoZrNb系、FeTa系、またはCoCrPtTaZr系などの圧延加工が困難な材料系スパッタリングターゲットの製造に特に好適である。

#### 【0014】

【発明の実施の形態】本発明によるスパッタリングターゲットの製造方法は、スパッタリングターゲット原料を溶解、鋳造することによって鋳造インゴットを形成するに際し、皿形鋳型に原料溶湯金属を充填し、一方向凝固を行うことによって鋳造金属相中に生成する巣を上部表面層に局在化させる工程を含むことを特徴とするものである。

【0015】以下、本発明の製造方法について具体的に説明する。

【0016】本発明による製造方法においては、スパッタリングターゲットを構成する構成金属原料を真空中において溶解、鋳造するに際し、後述する特定の一方向性凝固により鋳造を行う。鋳造後、得られた鋳造インゴットを、好ましくはアニーリング処理を行い、さらに必要に応じて圧延したのち、機械加工（たとえば、切削加工等）を行うことによって、所定のスパッタリングターゲットが得られる。

【0017】本発明の低酸素スパッタリングターゲットは、各種合金系（金属間化合物を含む）のスパッタリングターゲットに適用可能であり、特に限定されるものではないが、たとえば、PtMn系、CoZrNb系、FeTa系、またはCoCrPtTaZr系などの圧延加工が困難な材料系スパッタリングターゲットの製造に特に好適である。

【0018】本発明によるスパッタリングターゲットの製造方法においては、上述した鋳造インゴットを形成するに際し、皿形鋳型に原料溶湯金属を充填し、一方向凝固を行うことによって鋳造金属相中に生成する巣を上部表面層に局在化させる工程を含むことを特徴とする。この場合の皿形鋳型の材質ならびに形態については、上述した一方向性凝固が達成されるものである以上、特に限定されるものではない。

【0019】図1は、好ましい一例を示す皿形鋳型の斜視図であり、この例においては、外枠1と円形の底部2によって鋳型本体が構成され、さらにその端部には溶湯金属を受け入れて鋳型本体に注入するための受け入れ部3が形成されている。このような鋳型に鋳込む場合、溶湯金属を一旦受け入れ部3に注ぎ込むことによって溶湯は速やかに本体内に流入していき、型内に均一に充填される。このように最初受け入れ部に溶湯を注入すこと

は、凝固開始直前における溶湯金属の温度分布の均一化を図る上で効果的である。すなわち、鋳型本体内部に直接溶湯金属を注入させた場合には溶湯を落とした部分のみが高温になり、これに起因して巣が発生しやすくなり、粒径が粗大化する傾向が生じるので好ましくない。本発明の上記態様においては、一旦溶湯の受け入れ部3に注入されたのちこれが鋳型本体内に流入されるので、溶湯金属を鋳型内部に均一に充填し、しかも凝固開始直前における溶湯金属の温度分布を均一にすることができる。なお、本発明者の知見によれば、縦型に鋳造した場合はインゴットの厚み方向の中心付近に無数の巣が残留することが判明している。

【0020】本発明においては、上記のような皿形の鋳型を鋳造に使用しているので、鋳型の底部2から上方に向かって一方向的に凝固が進行するので、巣の発生を上部表面層に局在化させることができるのである。このような一方向凝固を実現するためには、上記のような皿形鋳型を使用すること以外、特に材質については限定されるものではないが、一方向性凝固を促進するためには、皿形鋳型の構成材料の内、少なくとも底部2は、カーボン、Cu、Feなどの材料が可能であるが、このなかでもカーボン等の炭素質材料または銅ないし銅合金からなる銅系材料からなることが好ましい。このような底部材料の使用は、特に大型のスパッタリングターゲット（たとえば、200φ以上）を鋳造する場合に好適である。

【0021】なお、底部2をアルミナやマグネシア(MgO)で形成した場合は、一方向性凝固が生じにくく、巣が金属相内部に形成される傾向がみられる。外枠1はSUS、Cu、Fe、カーボン、アルミナ、マグネシア(MgO)などが適宜用いられ得る。なお、受け入れ部3はマグネシアで形成することが好ましい。これは、注入する溶湯の温度は1450℃にも及ぶため、炭素や銅ないし鉄上に注湯すると、溶湯がこれを侵食して汚染物質が金属相内部に生じる傾向が生じるためである。

【0022】鋳造は、1350～1500℃、好ましくは1400～1450℃の条件において行うことが好ましい。

【0023】上記のようにして得られたインゴットに対して、好ましくはアニーリング処理を行う。このアニーリング処理を、900～1200℃、2～15時間、好ましくは、1000～1100℃、8～12時間の条件において行う。このような熱処理を行うことは、たとえばPtMn系合金の場合、PtとMnの高温での相互拡散を促進して硬い金属間化合物を生成させる上で好ましい。

【0024】得られた鋳造インゴットは、旋盤ないしフライス加工し製品サイズに仕上げてスパッタリングターゲットが得られる。このとき、鋳造金属相において局在化した巣を含む前記上部表面層を切削除去することによって、高品質のスパッタリングターゲットが得られる。

したがって、本発明は、スパッタリングターゲットが、圧延加工が困難な材料系からなる場合に好適である。

【0025】なお、得られたスパッタリングターゲットは、通常、所定のパッキングプレートに接合される。

#### 【0026】

【実施例】以下に、本発明の実施例を示すが、本発明は、下記の実施例の態様に限定されるものではない。

#### 【0027】実施例1

以下の製造方法に従って、PtMn系スパッタリングターゲットを製造した。

【0028】組成：Pt 40-Mn 60 mol% (70.3-29.7 wt%) Pt片 (40×20×1mm, 3N5 (品位99.95%)) 7, 030g, Mn片 (10×8×2mm, 3N (品位99.9%)) 2, 970g 合計10, 000gをMgオルツボにいれて、真空溶解炉内で高周波溶解により溶かした。

【0029】溶解温度は最大1450℃で $3 \times 10^{-2}$  Torr以下まで、真空引きを行った。約2時間後に予め用意した図1に示す皿形鋳型に鋳造し（鋳造温度1450℃、Ar雰囲気、鋳造時の真空中度60cmHg）、330φ×20tのインゴットを作製した。皿型鋳型の底部2としてはカーボン（厚さ20mm）を用いた。

【0030】得られたインゴットを1200℃×12Hの条件で熱処理を行った後、旋盤加工により、330φ×5tの製品を得た。この旋盤加工において巣が局在化した表面層（10mm厚）を切削して除去した。

【0031】得られたスパッタリングターゲットには、巣が認められず、結晶粒径が比較的小さく均質な微細構造を有するものであった。

#### 【0032】実施例2

以下の製造方法に従って、PtMn系スパッタリングターゲットを製造した。

【0033】組成：Pt 40-Mn 60 mol% (70.3-29.7 wt%) Pt片 (40×20×1mm, 3N5 (品位99.95%)) 7, 030g, Mn

片 (10×8×2mm, 3N (品位99.9%)) 2, 970g 合計10, 000gをMgオルツボにいれて、真空溶解炉内で高周波溶解により溶かした。

【0034】溶解温度は最大1450℃で $3 \times 10^{-2}$  Torr以下まで、真空引きを行った。約2時間後に予め用意した図1に示す皿形鋳型に鋳造し（鋳造温度1450℃、Ar雰囲気、鋳造時の真空中度60cmHg）、330φ×20tのインゴットを作製した。皿型鋳型の底部2としては銅板（厚さ20mm）を用いた。

【0035】得られたインゴットを1200℃×12Hの条件で熱処理を行った後、旋盤加工により、330φ×5tの製品を得た。この旋盤加工において巣が局在化した表面層（10mm厚）を切削して除去した。

【0036】得られたスパッタリングターゲットには、巣が認められず、結晶粒径が比較的小さく均質な微細構造を有するものであった。また、底板2にカーボンを使用した実施例1の場合よりも結晶粒径が約10%小さくなり、巣の発生もより少ないと認められた。

#### 【0037】

【発明の効果】上記実施例の結果からも明らかなように、本発明によるスパッタリングターゲットの製造方法によれば、スパッタリングターゲット原料を溶解、鋳造することによって鋳造インゴットを形成するに際し、皿型鋳型に原料溶湯金属を充填し、一方向凝固を行うことによって鋳造金属相中に生成する巣を上部表面層に局在化させる工程を含んでいるので、鋳造時の凝固工程に起因する巣の発生がなく結晶粒径が比較的小さく均質な微細構造を有するスパッタリングターゲットを提供することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】好ましい一実施例に係る皿形鋳型の斜視図。

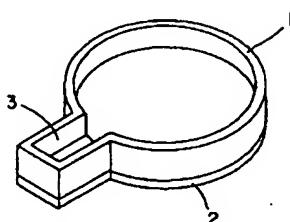
#### 【符号の説明】

1 外枠

2 底部

3 溶湯受け入れ部

【図1】



フロントページの続き

(51) Int.Cl. <sup>1</sup>	識別記号	F I	テ-マコ-ド(参考)
// C 2 2 F	1/00	C 2 2 F	1/00
	6 1 3		6 1 3
	6 8 2		6 8 2
	6 9 1		6 9 1 B
			6 9 1 C
	1/18	1/18	G

(72)発明者 紫 原 修 二	(72)発明者 坂 井 宏 之
東京都品川区大崎 1 丁目11番 1 号 三井金 属鉱業株式会社電材事業本部薄膜材料事業 部内	東京都品川区大崎 1 丁目11番 1 号 三井金 属鉱業株式会社電材事業本部薄膜材料事業 部内